# This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

## IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

						4) B
			District Control of the Control of t			9
						•
		1. 				
ě						
All San Comments			100 mg/mg/mg/mg/mg/mg/mg/mg/mg/mg/mg/mg/mg/m		*	·
						with the second
		And the second s		The state of the s		, in
× 1		The second secon	Bear and the second	And the second		
			.at	e.	*	
	and the second of the second o	en de la companya de La companya de la co		•	S.	
					¥ .	
			( )	e Section (Section )		
					•	
•			¥ 1			
					•	
	m in the second					
					is	
•			*			25
				9 9 9 9 9 9 9 9 9 9 9 9 9 9 9 9 9 9 9		
and the second of the second o						
			v en		12. B. S.	
				e e e e e e e e e e e e e e e e e e e	.#*	
				ę		
:		ale M		**************************************		
				Me B		
			<b>秦</b> 秦 第二		e e e e e e e e e e e e e e e e e e e	٠.

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

### 特開平6-9952

(43)公開日 平成6年(1994)1月18日

(51) Int.Cl.5

識別記号

FI

技術表示箇所

C09K 11/06 H05B 33/14 Z 9159-4H

庁内整理番号

審査請求 未請求 請求項の数3(全 11 頁)

(21)出願番号

特願平4-187665

(22)出願日

平成4年(1992)6月22日

(71)出願人 000003067

ティーディーケイ株式会社 東京都中央区日本橋1丁目13番1号

(72)発明者 井上 鉄司

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

(72)発明者 中谷 賢司

東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティ

ーディーケイ株式会社内 (74)代理人 弁理士 石井 陽一

#### (54) 【発明の名称】 有機EL素子

#### (57)【要約】

【目的】 信頼性および発光効率の高い有機EL素子を 実現する。

【構成】 化1に示される骨格を有する化合物を発光層に含有させる。

#### 【化1】

(化1において、R<sup>1</sup> ~R<sup>3</sup> は、水素原子、シアノ基、カルボキシル基、アルキル基、アリール基、アリールカルボニル基、アリールオキシ基、アルキルオキシ基、アルキルオキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基または複素環残基であり、

これらのうち隣接位にあるものは互いに結合して環を形成していてもよい。また、R'~R'は低級アルキル基である。また、XおよびYは、酸素原子、硫黄原子またはNTである。ただしTは、水素原子、アルキル基またはアリール基である。)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも1層の有機化合物層を有し、 少なくとも1層の有機化合物層が下記化1に示される骨格を有する化合物を含有することを特徴とする有機EL 素子。

1

(化1)

(上記化1において、R¹ ~R³ は、水素原子、シアノ基、カルボキシル基、アルキル基、アリール基、アリール基、アリールオキシル基、アルキルカルボニル基、アリールオキ 20シ基、アルキルオキシ基、アルキルオキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基または複素環残基であり、これらのうち隣接位にあるものは互いに結合して環を形成していてもよい。また、R⁴ ~R¹ は低級アルキル基である。また、XおよびYは、酸素原子、硫黄原子またはNTである。ただしては、水素原子、アルキル基またはアリール基である。)

【請求項2】 前配化合物を含有する有機化合物層が発 光層である請求項1の有機EL素子。

【請求項3】 発光層がさらに少なくとも1種の蛍光性 30 物質を含有する請求項2の有機EL素子。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、有機EL(電界発光)素子に関し、詳しくは、有機化合物からなる単層もしくは積層構造薄膜に電界を印加して光を放出する素子に関する。

[0002]

【従来の技術】有機EL素子は、蛍光性有機化合物を含む薄膜を陰極と陽極とで挟んだ構成を有し、前記薄膜に電子および正孔を注入して再結合させることにより励起子 (エキシトン)を生成させ、このエキシトンが失活する際の光の放出(燐光、蛍光)を利用して発光する素子である。

【0003】有機EL素子の特長は、10V程度の低電 圧で100~1000cd/m²程度の高輝度の面発光が可 能であり、また、蛍光性物質の種類を選択することによ り青色から赤色までの発光が可能なことである。

【0004】一方、有機EL素子の問題点は、寿命が短いため信頼性が低いことであり、この原因としては、

① 有機化合物の物理的変化(結晶化などによる膜変化 · 訓練)

② 陰極の酸化(電子注入のため、仕事関数の低い金属 (Mg、Li、Naなど)を使用している)

③ 発光効率が低く(~1%)、発熱量が多いこと

① 有機化合物の光化学的変化・電気化学的変化などが挙げられる。

【0005】有機EL素子用化合物としては、固体状態でも強い蛍光を発生するクマリン誘導体がある。クマリン誘導体は、例えば特開平2-191694号公報、同3-792号公報などに記載されている。クマリン誘導体は育から橙までの発光が可能であるが、膜性(膜の表面性)が悪く、また、1日前後で結晶化してしまって長期間の使用に耐えないなどの問題があり、均一かつ良好で安定した高輝度の発光が得られない。結晶性の膜では、表面が荒れているために、電荷を効率的に注入することができなくなる。

[0006]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、信頼性および発光効率の高い有機EL素子を実現することを目的とする。

[0007]

【課題を解決するための手段】このような目的は、下記 $(1) \sim (3)$  の本発明により達成される。

(1) 少なくとも1層の有機化合物層を有し、少なくと も1層の有機化合物層が下記化2に示される骨格を有す る化合物を含有することを特徴とする有機EL素子。

[0008]

【化2】

【0009】(上記化2において、R<sup>1</sup> ~R<sup>3</sup> は、水素原子、シアノ基、カルボキシル基、アルキル基、アリール基、アリール基、アリールオキシ基、アルキルカルボニル基、アリールオキシ基、アルキルオキシ基、アルキルオキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基または複素環残基であり、これらのうち隣接位にあるものは互いに結合して環を形成していてもよい。また、R<sup>4</sup> ~R<sup>7</sup> は低級アルキル基である。また、XおよびYは、酸素原子、硫黄原子またはNTである。ただしては、水素原50 子、アルキル基またはアリール基である。)

【0010】(2)前記化合物を含有する有機化合物層が発光層である上記(1)の有機 F.L.素子。

【0011】(3)発光層がさらに少なくとも1種の蛍光性物質を含有する上記(2)の有機EL素子。

[0012]

【作用】本発明の有機FL素子は、上記化2に示される 化合物を発光層や正孔注入輸送層、電子注入輸送層に用 いるため、100~1000cd/m² 程度、あるいはそれ 以上の高輝度が安定して得られる。

【0013】また、上記化合物の薄膜はほぼアモルファ 10 はフェニル基が好ましい。 ス状となり膜質が良好なので、ムラがなく均一な面発光 【0018】前記複素環が可能である。 原子および窒素原子の13

【0014】また、本発明のEL案子は、低電圧で効率 よく発光する。

【0015】なお、本発明のEL素子の発光極大波長は、450~700m程度である。

[0016]

【具体的構成】以下、本発明の具体的構成について詳細 に説明する。本発明の有機EL素子に用いられる化合物 (以下、本発明の化合物という)は、上記化2に示され 20 る骨格を有するクマリン誘導体である。

【0017】上記化2において、R<sup>1</sup> ~R<sup>3</sup> は、水素原子、シアノ基、カルボキシル基、アルキル基 (例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、プチル基等)、アリール基 (例えば、フェニル基、ピフェニル基、テルフェニル基等)、アリールカルボニル基 (例えば、フェニルカルボニル基等)、アルキルカルボニル基 (例えば、ア

セチル基、プロピオニル基等)、アリールオキシ基(例えば、フェニルオキシ基等)、アルキルオキシ基(例えば、メトキシ基、エトキシ基等)、アルキルオキシカルボニル基(例えば、エトキシカルボニル基、プトキシカルボニル基等)、アリールオキシカルボニル基(例えば、フェノキシカルボニル基等)または複素環残基であり、これらのうち隣接位にあるものは互いに結合して環を形成していてもよい。前記アルキル基としては、炭素数が1~5のものが好ましい。また、アリール基としてはフェニル基が好ましい。

【0018】前記複素環残基としては、酸素原子、硫黄原子および窒素原子の1種以上を1~3個合むもの、例えば、ベンゾチアゾリル基、ベンゾオキサゾリル基、ベンゾイミダゾリル基等が好ましい。また、R<sup>4</sup> ~R<sup>7</sup> は低級アルキル基であり、炭素数1~5のものが好ましく、特にメチル基またはエチル基であることが好ましい。また、XおよびYは、酸素原子、硫黄原子またはNTである。ただしTは、水素原子、アルキル基またはアリール基である。

「【0019】なお、前記各基は、アルキルオキシ基、アルキル基、アリール基、ニトロ基、シアノ基、アミノ基等の置換基を有していてもよく、ハロゲン原子を有していてもよい。

【0020】具体的には、下記表1に例示される化合物が好ましい。

[0021]

【表1】

	5							6	
No.	R¹	R²	R³	R*	R <sup>s</sup>	Rª	R <sup>7</sup>	X	Y
101	-CO₂C₂H₅	Н	Н	СН₃	CH₃	CH₃	CH <sub>3</sub>	0	0
102	S	Н	н	CHa	CH₃	СНз	CH <sub>3</sub>	0	0
103		н	Н	СН₃	CH3	СНз	СН2	0	0
104	- N	Н	Н	СНз	CH <sub>3</sub>	СНа	CH <sub>3</sub>	0	0
105	N CH3	Н	Н	CH <sub>3</sub>	СН₃	СНз	СН₃	0	0
106	Я	СН₃	H	СН₃	CH <sub>2</sub>	СНа	CH <sub>s</sub>	0	0
107	^	)	H	СН₃	СН₃	СНз	СНа	0	0
108	Н	CF₃	H	CH <sub>3</sub>	СНз	СНз	CH <sub>3</sub>	0	0
109	COCH <sub>a</sub> "	H	H	CH₃	СН₃	СНз	СН₃	0	0
110	CN	H	H	CH3	СН₃	СН₃	CH3	0	0
111	CO₂H	н	H	СН₃	СН₃	СН₃	СНа	0	0
112	-CO <sub>2</sub> C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> (t)	Н	Ħ	CH <sub>3</sub>	CH₃	CH <sub>3</sub>	СН₃	0	0
113	O	Н	H	СН₃	CH₃	CH <sub>2</sub>	СНз	0	0

【0022】本発明の化合物の構造は、NMR、IR、元素分析、質量分析、蛍光スペクトル分析、吸収スペクトル分析等により確認することができる。また、本発明の化合物の融点は、置換基等によっても異なるが、通常、100~350℃程度である。

[0023] 本発明の化合物は、通常のクマリン誘導体 基板2上に、陽極3、正孔注入輸送層合成法により製造することができ、また、市販のものを 50 子注入輸送層6、陰極7を順次有する。

用いてもよい。

【0024】本発明のEL素子は、少なくとも1層の有機化合物層を有し、少なくとも1層の有機化合物層が上記化2に示される化合物を含有する。本発明のEL素子の構成例を図1に示す。同図に示されるEL素子1は、基板2上に、陽極3、正孔注入輸送層4、発光層5、電子注入輸送層6、陰極7を順次有する。

【0025】発光層は、正孔および電子の注入機能、そ れらの輸送機能、正孔と電子の再結合により励起子を生 成させる機能を有する。正孔注入輸送層は、陽極からの 正孔の注入を容易にする機能、正孔を輸送する機能およ び電子を妨げる機能を有し、電子注入輸送層は、陰極か らの電子の注入を容易にする機能および電子を輸送する 機能を有するものであり、これらの層は、発光層へ注入 される正孔や電子を増大させて発光効率を改善する。電 子注入輸送層および正孔注入輸送層は、発光層に用いる 化合物の電子注入、電子輸送、正孔注入、正孔輸送の各 機能の高さを考慮し、必要に応じて設けられる。例え ば、発光層に用いる化合物の正孔注入輸送機能または電 子注入輸送機能が高い場合には、正孔注入輸送層または 電子注入輸送層を設けずに、発光層が正孔注入輸送層ま たは電子注入輸送層を兼ねる構成とすることができる。 また、場合によっては正孔注入輸送層および電子注入輸 送層のいずれも設けなくてよい。

【0026】本発明の化合物は、正孔注入輸送層、発光 層、電子注入輸送層のいずれにも適用可能であるが、発 光層に適用することが好ましい。本発明の化合物の発光 20 は青色よりも長波長となるため、正孔注入輸送層や電子 注入輸送層を兼ねた発光層となる。

【0027】本発明の化合物を発光層に用いる場合について説明する。この場合、発光層中には、他の蛍光性物質が含まれていてもよい。前記他の蛍光性物質としては、例えば、特開昭63-264692号公報に開示されているような化合物、例えばクマリン、キナクリドン、ルプレン、スチリル系色素等の化合物から選択される少なくとも1種が挙げられる。このような蛍光性物質の含有量は、本発明の化合物の5モル%以下とすること 30 が好ましい。

【0028】また、本発明の化合物は蛍光量子収率が高いので、他の蛍光性物質を用いた発光層に本発明の化合物をドープすることにより発光効率を改善することができる。この場合、発光層中における本発明の化合物の含有量は、0.1~1モル%程度とすることが好ましい。なお、この場合の他の蛍光性物質としては、アルミキノリノール錯体や青色発光化合物などが好ましい。

【0029】本発明の化合物を発光層に用いる場合、正孔注入輸送層および電子注入輸送層には、通常の有機EL素子に用いられている各種有機化合物、例えば、特開昭63-295695号公報、特開平2-191694号公報、特開平3-792号公報等に記載されている各種有機化合物を用いることができる。例えば、正孔注入輸送層には、芳香族三級アミン、ヒドラゾン誘導体、カルパゾール誘導体等を用いることができ、また、電子注入輸送層には、オキサジアゾール誘導体等を用いることができる。

【0030】発光層の厚さ、正孔注入輸送層の厚さおよび電子注入輸送層の厚さは特に限定されず、形成方法に 50

よっても異なるが、通常、10~1000m程度、特に50~200mとすることが好ましい。

【0031】正孔注入輸送層の厚さおよび電子注入輸送 層の厚さは、発光層の厚さと同程度とすればよい。

【0032】陰極には、仕事関数の小さい材料、例えば、Li、Na、Mg、Al、Ag、Inあるいはこれらの1種以上を含む合金を用いることが好ましい。また、陰極は結晶粒が細かいことが好ましく、特に、アモルファス状態であることが好ましい。陰極の厚さは10~1000m程度とすることが好ましい。

【0033】EL素子を面発光させるためには、少なくとも一方の電極が透明ないし半透明である必要があり、上記したように陰極の材料には何限があるので、好ましくは発光光の透過率が80%以上となるように陽極の材料および厚さを決定することが好ましい。具体的には、例えば、ITO、SnO2、N1、Au、Pt、Pd、ポリチオフェン、ポリピロールなどを陽極に用いることが好ましい。また、陽極の厚さは10~500m程度とすることが好ましい。

「【0034】基板材料に特に制限はないが、図示例では 基板側から発光光を取り出すため、ガラスや樹脂等の透明ないし半透明材料を用いる。

【0035】なお、基板に不透明な材料を用いる場合には、図1に示される積層順序を逆にしてもよい。

【0036】次に、本発明のEL素子の製造方法を説明する。

【0037】陰極および陽極は、蒸着法やスパッタ法等の気相成長法により形成することが好ましい。

【0038】正孔注入輸送層、発光層および電子注入輸送層の形成には、均質な薄膜が形成できることから真空蒸着法を用いることが好ましい。真空蒸着法を用いた場合、アモルファス状態または結晶粒径が0.1 μm 以下の均質な薄膜が得られる。結晶粒径が0.1 μm を超えていると、素子の駆動電圧を高くしなければならなくなり、電荷の注入効率も低下する。

【0039】真空蒸着の条件は特に限定されないが、10-6 Torr以下の真空度とし、蒸着速度は0.1~1nm/sec程度とすることが好ましい。また、真空中で連続して各層を形成することが好ましい。真空中で連続して形成すれば、各層の界面に不純物が吸着することを防げるため、高特性が得られる。また、素子の駆動電圧を低くすることができる。

【0040】これら各層の形成に真空蒸着法を用いる場合において、1層に複数の化合物を含有させる場合、化合物を入れた各ポートを個別に温度制御して共蒸着することが好ましいが、予め混合してから蒸着してもよい。

【0041】また、この他、溶液塗布法(スピンコート、ディップ、キャスト等)、ラングミュア・プロジェット(LB)法などを用いることもできる。溶液塗布法では、ポリマー等のマトリクス物質中に本発明の化合物

を分散させる構成としてもよい。

 $[0\ 0\ 4\ 2]$  木発明のEL素子は、通常、直流駆動型のEL素子として用いられるが、交流駆動またはパルス駆動することもできる。印加電圧は、通常、 $5\sim 2\ 0\ V$ 程度とされる。

[0043]

【実施例】以下、本発明の具体的実施例を示し、本発明 をさらに詳細に説明する。

【0044】〈実施例1〉下記化3に示される骨格を有し、下記表2、表3、表4にそれぞれ示される置換基を 10 有する化合物の蒸着膜を形成し、その膜性を調べた。これらの化合物は、通常のクマリン誘導体合成法に準じて合成し、一部は市販のものを用いた。なお、膜性とは膜の結晶性を意味し、結晶粒径が0.1μmを超えている膜を結晶性の膜とし、下記基準で評価した。結果を各表に示す。

[0045]

10

〇:ほばアモルファス状態で安定した膜

△:蒸着直後はほぼアモルファス状態であるが、数時間

後に結晶化してしまう不安定な膜

×:結晶性の膜

[0046]

【化3】

[0047]

【表2】

No.	Rii	R12		R14	R15	R16	膜性
201*	Н	CHa	Н	Н	N (CH2CH3) 2	Н	×
202*	н	CHs	H	н	ОН	Н	×
203•	Н	CH <sub>2</sub>	Н	Н	NH2	Н	×
204*	Н	CF <sub>3</sub>	Н	H	NH <sub>2</sub>	Н	×
205*	н	CFa	Н	Н	N (CH2CH2) 2	H	×
206*	Н	СНа	Н	CH <sub>3</sub>	NHCH <sub>8</sub>	Н	~ <b>X</b>
207*	-\s\square \square \qquare \qqqq \qqqqq \qqqq \qqq \qqqq \qqq \qqqq \qqq \qqqq \qqq \qqqq \qqq \qqqq \qqq \qqqq \qqq \qqqq \qqq \qqqq \qqq \qqqq \qqq \qqqq \qqq	H	Н	Н	N (CH2CH3) 2	Н	×
208*	- N	н	н	н	N (CH2CH3) 2	Н	Δ
209*	н	СНз	н	$\bigcirc$			×
210*			H		$\bigcirc$		×
211*	$\bigcap$		Н	н	N (CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	н	×
212*	Н	CF <sub>3</sub>	Н		$\bigcirc$		×
213*	-CD₂C₂H₅	Н	Н		$\bigcirc$ i $\bigcirc$		Δ
214*	-CO <sub>z</sub> C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> (t)	Н	Н		$\bigcirc$		Δ
215*	-COCH <sub>s</sub>	Н	н				Δ

\*)比較例

[0048]

【表3】

13

No.	R11	R12	R13	R14 R15	K, e	膜性
216*	CN	Н	H			Δ
217*	-C0≥H	Н	H			Δ
218*	н	СН₃	H	N H	Н	×
219*	S	Н	H	(N)		Δ
101	-C0₂C₂H₅ √	Н	Н	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	0

\*)比較例

[0049]

20 【表4】

	15		(9)	) 16	特
No.	Rii	R12	R <sub>1.3</sub>		
102	S	H	н	CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>	0
103		Н	Н	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	0
104	N N	Н	Н	CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>	0
105	CH <sub>3</sub>	Н	Н	CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>	0
106	Н	СН₃	Н	CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>	0
107	^	)	Н	CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>	0
108	Н	CF <sub>5</sub>	Н	CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>	0
109	COCH <sub>3</sub>	Н	н	CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>	0
110	CN	Н	н	CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>	0
111	CO2H	Н	H.	CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>	0
112	-CO <sub>2</sub> C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> (t)	Н	Н	CH <sub>3</sub> CH <sub>5</sub> CH <sub>5</sub>	0
113	0	Н	н	CH <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>	0

【0050】これらの表に示される結果から、上記化2 に示される骨格を有するNo. 101~113以外では、 膜性が不良であることがわかる。

【0051】<実施例2>厚さ100mのITO透明電 極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセト ン、エタノールを用いて超音波洗浄し、煮沸エタノール 中から引き上げて乾燥し、蒸着装置の基板ホルダーに固 定して、1×10-6Torrまで減圧した。

【0052】次いで、N, N'-ジフェニルージ (3-メチルフェニル) -4, 4'-ジアミノピフェニル (T PD) を蒸着速度 0. 2 nm/sec で 5 0 nmの厚さに蒸着 し、正孔注入輸送層とした。

【0053】次いで、減圧状態を保ったまま、下記化4 に示される化合物(上記表のNo. 101;コダック社co umarine 314T) を蒸着速度 0. 2 nm/sec で 5 0 nmの厚 50 さに蒸着して発光層とした。

[0054]

【0055】さらに、減圧状態を保ったまま、MgAg (重量比10:1)を蒸着速度0. 2mm/sec で200 mの厚さに蒸着して陰極とし、EL素子を得た。

【0056】このEL素子に電圧を印加して電流を流し たところ、16V・100mA/cm2で300cd/m2 の緑 色 (発光極大波長入max = 500nm) の発光が確認さ れ、この発光は50時間以上安定していた。

【0057】<実施例3>厚さ100mmのITO透明電 極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセト ン、エタノールを用いて超音波洗浄し、煮沸エタノール 中から引き上げて乾燥し、蒸着装置の基板ホルダーに固 定して、1×10-6Torrまで減圧した。

【0058】次いで、上記化4に示される化合物を蒸着 速度0. 2 mm/sec で100 mmの厚さに蒸着して発光層 とした。

【0059】さらに、減圧状態を保ったまま、MgAg (重量比10:1) を蒸着速度0. 2nm/sec で200 mmの厚さに蒸着して陰極とし、EL素子を得た。 **%30** 

※【0060】このEし素子に電圧を印加して電流を流し たところ、11V - 100mA/cm²で100cd/m² の緑 色 (発光極大波長入max = 495 nm) の発光が確認さ れ、この発光は10時間以上安定していた。

18

【0061】<実施例4>厚さ100mのITO透明電 極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセト ン、エタノールを用いて超音波洗浄し、煮沸エタノール 20 中から引き上げて乾燥し、蒸着装置の基板ホルダーに固 定して、1×10-6Torrまで減圧した。次いで、N, N'-ジフェニルージ(3-メチルフェニル)-4, 4'-ジアミノピフェニル (TPD) を蒸着速度0.2 nm/sec で50nmの厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とし た。次いで、減圧状態を保ったまま、下記化5に示され る化合物 (表のNo. 103) を蒸着速度 0. 2 mm/sec で50mの厚さに蒸着して発光層とした。

[0062] 【化5】

【0063】さらに、滅圧状態を保ったまま、MgAg (重量比10:1) を蒸着速度0. 2nm/sec で200

L素子に電圧を印加して電流を流したところ、12V・ 100mA/cm²で400cd/m²の緑色(発光極大波長入m nmの厚さに蒸着して陰極とし、EL素子を得た。このE <math>50 ax=530nm)の発光が確認され、この発光は300

#### 時間以上安定していた。

【0064】〈実施例5〉厚さ100nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄し、煮沸エタノール中から引き上げて乾燥し、蒸着装置の基板ホルダーに固定して、1×10<sup>-1</sup> Torrまで減圧した。次いで、上記化5に示される化合物を蒸着速度0.2nm/secで100nmの厚さに蒸着して発光層とした。さらに、減圧状態を保ったまま、MgAg(重量比10:1)を蒸着速度0.2nm/secで200nmの厚さに蒸着して陰極とし、EL素子を得た。

【0065】このEL素子に電圧を印加して電流を流したところ、11V・100mA/cm²で150cd/m²の黄色(発光極大波長入max = 550nm) の発光が確認さ

れ、この発光は100時間以上安定していた。

【0066】以上の実施例から木発明の効果が明らかである。

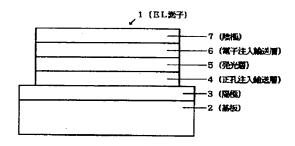
#### 【図面の簡単な説明】

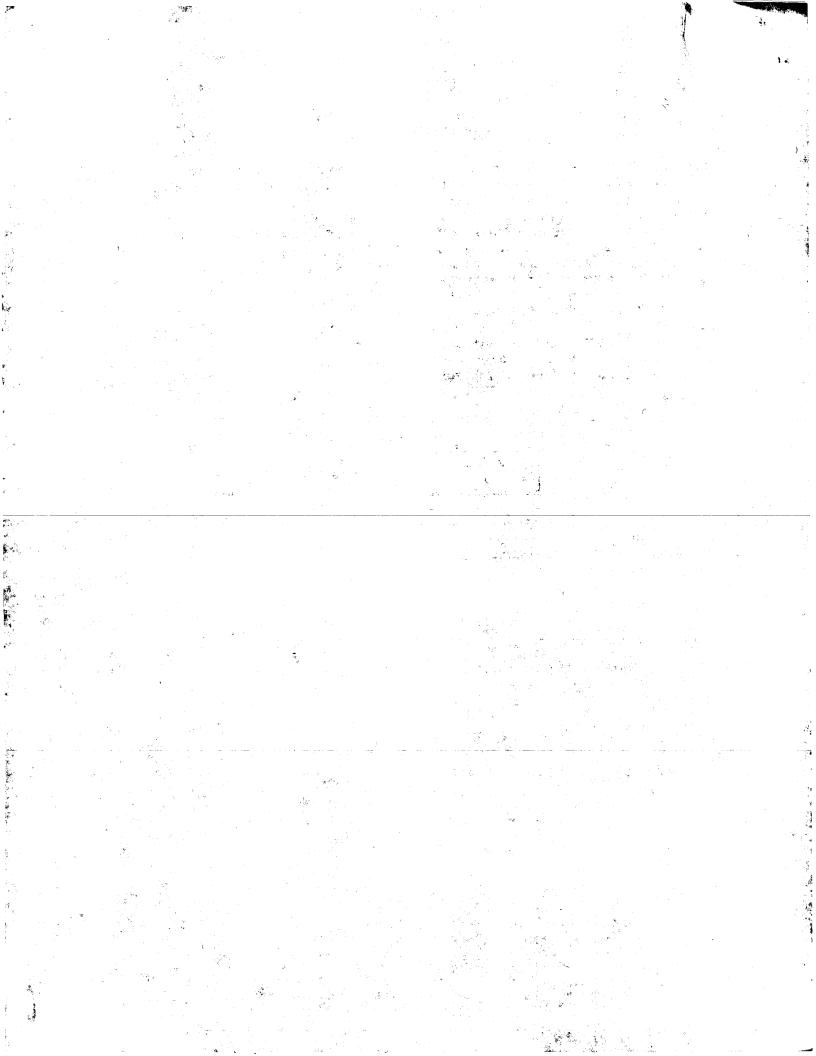
【図1】本発明のEL素子の構成例を示す側面図であ る。

#### 【符号の説明】

- 1 EL素子
- 2 基板
- 10 3 陽極
  - 4 正孔注入輸送層
  - 5 発光層
  - 6 電子注入輸送層
  - 7 陰極

#### 【図1】





```
നുത്യ (R) File 351:Derwent WPI
   2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.
009774250
WPI Acc No: 1994-054101/ 199407
XRAM Acc No: C94-024552
XRPX Acc No: N94-042775
  Reliable organic electroluminescent devices having high luminescent
  efficiency - includes at least one organic cpd. layer contg.
Patent Assignee: TDK CORP (DENK )
Number of Countries: 001 Number of Patents: 002
Patent Family:
Patent No
              Kind
                    Date
                             Applicat No
                                            Kind
                                                   Date
                                                            Week
                   19940118
                             JP 92187665
                                                 19920622
                                                           199407
JP 6009952
              Α
                  20010307
                             JP 92187665
                                                 19920622
JP 3142378
              B2
Priority Applications (No Type Date): JP 92187665 A 19920622
Patent Details:
Patent No Kind Lan Pq
                         Main IPC
                                     Filing Notes
JP 6009952
              Α
                    11 C09K-011/06
                                     Previous Publ. patent JP 6009952
JP 3142378
              B2
                    11 H05B-033/14
Abstract (Basic): JP 6009952 A
       Device having at least one organic cpd. layer contg. a cpd. bearing
    a backbone of formula (I) is new.
        In (I), R1-3 are H, cyano, carboxy, alkyl, aryl, arylcarbonyl,
    alkylcarbonyl, aryloxy, alkyloxy, alkyloxycarbonyl, aryloxycarbonyl or
    a heterocyclic ring residue; vicinal R1-3 opt. fuses with each other to
    form a ring; R4-7 are lower alkyl; X, Y are O, S or NT; and T is H,
    alkyl or aryl.
        USE/ADVANTAGE - The devices have high reliability and luminescent
    efficiency. The organic cpd. layer is luminescent a layer.
        In an example, electroluminescent device consisting of a 200 nm
    cathode of a Mg-Ag alloy(10:1 by wt.) on a 50 nm luminescent layer of a
    cpd. of formula (I) on a 50 nm hole implantation transport layer of
   N,N'-diphenyl-di (3-methylphenyl) -4,4'-diaminobiphenyl on a 100 nm ITO
    transparent anode on a glass substrate had luminescence at 16V and 100
   mA/cm2 at a lambda max. of 500 nm with the luminescence continuing
    stably over 50 hrs.
Title Terms: RELIABILITY; ORGANIC; ELECTROLUMINESCENT; DEVICE; HIGH;
  LUMINESCENT; EFFICIENCY; ONE; ORGANIC; COMPOUND; LAYER; CONTAIN
Derwent Class: E13; L03; U11
International Patent Class (Main): C09K-011/06; H05B-033/14
International Patent Class (Additional): H05B-033/14
File Segment: CPI; EPI
Manual Codes (CPI/A-N): E07-H; L03-C02
Manual Codes (EPI/S-X): U11-A15
Chemical Fragment Codes (M4):
  *01* D010 D011 D012 D013 D014 D015 D016 D019 D020 D021 D029 D040 D049
      E330 E540 E870 F010 F019 F021 F029 G010 G019 G020 G021 G029 G040
      G100 G111 G112 G113 G221 G299 H100 H102 H121 H211 H521 H522 H541
      J011 J012 J013 J111 J112 J131 J211 J212 J231 J521 J581 J582 J583
      J592 L142 L143 L199 L355 L941 L942 L943 M112 M113 M114 M115 M116
      M122 M123 M124 M125 M129 M131 M136 M139 M141 M143 M149 M150 M210
      M211 M212 M213 M214 M215 M216 M220 M221 M222 M223 M224 M225 M226
      M231 M232 M233 M240 M262 M272 M273 M281 M282 M283 M320 M412 M424
      M511 M512 M513 M520 M521 M522 M523 M530 M531 M532 M533 M540 M740
      M781 M782 M903 M904 Q454 Q613 W003 W030 9407-D0101-M 9407-D0101-U
       13315 41618 66310
  *02* D010 D011 D012 D013 D014 D016 D019 D020 D021 D040 D049 F010 F021
      G010 G019 G020 G021 G029 G040 G100 G111 G112 G221 G299 H100 H102
      H121 H211 H521 H541 J011 J111 J131 J211 J231 J521 J581 J592 L142
      L143 L355 L941 L942 L943 M112 M113 M114 M115 M116 M122 M123 M124
      M125 M129 M131 M136 M141 M143 M150 M210 M211 M212 M213 M214 M215
      M216 M220 M221 M222 M223 M224 M225 M226 M231 M232 M233 M240 M262
      M272 M273 M281 M282 M283 M320 M412 M424 M511 M512 M520 M521 M530
      M531 M532 M533 M540 M740 M781 M782 M903 M904 Q454 Q613 W003 W030
```

9407-D0102-M 9407-D0102-U 13315 41618 66310

Ring Index Numbers: 13315; 41618; 66310

eric Compound Numbers: 9407-D0101-M; 9407-D0101-U; 9407-D0102-M; 9407-D0102-U